

материала необходимо изучение кислотно-основных и комплексообразующих свойств.

Методом отдельных навесок была получена кривая кислотно-основного титрования ПЭИ раствором хлороводородной кислоты. Численное значение показателя основности, рассчитанное в результате обработки кривой титрования по уравнению Гендерсона–Гассельбаха, равно 7.44. Сравнение полученного значения с аналогичными значениями для ПЭИ, функционализированного пиридилметильными или пиридилэтильными группами, позволяет сделать вывод, что введение пиридилалкильных групп в матрицу ПЭИ незначительно влияет на кислотно-основные свойства данных сорбционных материалов.

Для оценки комплексообразующих свойств сорбента используют константу устойчивости комплекса, образующегося при взаимодействии ионов металлов с функциональными группами сорбционных материалов. Константа устойчивости комплекса ПЭИ с ионами меди (II) была определена методом разрушения ионитного комплекса [1]. Разрушение комплекса проводили путем добавления более сильного, чем ионы замещенного металла, акцептора электронов (в данном случае ионы H^+). На основании полученных данных показатель константы устойчивости образующегося комплекса равен 15.13.

1. Салдадзе К.М., Копылова-Валова В.Д. Комплексообразующие иониты (комплекситы). М. : Химия, 1980. 336 с.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ОСНОВНОГО КОМПОНЕНТА В ОКСИДАХ СКАНДИЯ, ЭРБИЯ И ГАДОЛИНИЯ МЕТОДОМ АВТОМАТИЧЕСКОГО ВЕСОВОГО ТИТРОВАНИЯ

Попов В.С.⁽¹⁾, Лебедева Е.Л.^(1,2), Собина Е.П.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Уральский научно-исследовательский институт метрологии

620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

Широкое применение высокочистых веществ в метрологических работах требует высокой точности измерений содержания в них основного компонента. Целью данной работы было измерение массовой доли основного вещества в высокочистых оксидах скандия, эрбия и гадолиния методом весового комплексометрического титрования с фотометрической индикацией конечной точки титрования (к.т.т.) с использова-

нием Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012, а также оценка составляющих неопределенности результатов измерений.

В основу разработанных методик измерений был положен метод комплексонометрического титрования, изложенный в ГОСТ 10398-76. Дополнительно производился выбор длины волны фотометрического детектирования, оптимальных параметров проведения титрования и количеств реагентов. В качестве титранта использовали раствор, приготовленный из стандартного образца состава трилона Б 1-го разряда (ГСО 2960-84). Измерения проводили с помощью комплекта для автоматического весового титрования «Титрион-3». Выбор длины волны детектирования производился на основании сравнения спектров поглощения растворов, содержащих ионы металлов, до и после титрования. Регистрацию спектров поглощения осуществляли с использованием спектрофотометра ПЭ-5400ВИ. Наибольшую чувствительность определения обеспечивает использование длины волны, при которой разница оптических плотностей максимальна (525 нм для скандия, 590 нм для эрбия и гадолиния). В качестве металлохромного индикатора был использован ксиленоловый оранжевый.

Для того, чтобы свести к минимуму неопределенность, обусловленную применением индикатора и способом определения к.т.т., проводили два последовательных титрования двух порций пробы и по разности масс растворов, затраченных на титрование, определяли массу титранта, израсходованного на титрование второй порции.

Измерения проводили как в условиях повторяемости, так и в условиях внутрилабораторной прецизионности. По результатам титриметрического анализа массовая доля основного вещества в исследуемых оксидах составила от 96 до 98 %, расширенная неопределенность результатов измерений от 0,34 до 0,40 %. Основной вклад в неопределенность вносит измерение массы навески оксида, взятой для приготовления раствора, и измерение массы раствора титранта, израсходованного на титрование.

Результаты, полученные методом автоматического весового титрования, согласуются с данными термогравиметрического и дифференциального термического анализа тех же оксидов. Для оценки содержания примесей других металлов в исследуемых оксидах будет также использован метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.